

BEST AVAILABLE COPY

①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 30 01 387 A 1**

⑤ Int. Cl. 3:
B 01 D 19/04



**DEUTSCHES
PATENTAMT**

⑳ Aktenzeichen:
㉔ Anmeldetag:
㉕ Offenlegungstag:

P 30 01 387.7-43
16. 1. 80
23. 7. 81

Signature

㉑ Anmelder:
Chemische Fabrik Stockhausen & Cie, 4150 Krefeld, DE

㉒ Erfinder:
Peppmüller, Dipl.-Chem. Dr., Reinmar, 4150 Krefeld, DE

DE 30 01 387 A 1

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉓ **Emulgatorhaltige Suspensionen auf der Basis höher aliphatischer Alkohole, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung als Entschäumer für wässrige schäumende Systeme**

DE 30 01 387 A 1

3001387

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Wässrige, emulgatorhaltige Suspensionen von höher schmelzenden aliphatischen Alkoholen und gegebenenfalls höher schmelzenden nichtaromatischen bevorzugt aliphatischen Kohlenwasserstoffen und/oder Fettsäuren und/oder deren Derivaten, gekennzeichnet durch einen Gehalt an bei Raumtemperatur flüssigen Kohlenwasserstoffen, die der fertigen Suspension zugesetzt worden sind.
2. Suspensionen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis von suspendierten Feststoffen und bei Raumtemperatur flüssigen Kohlenwasserstoffen zwischen 99:1 und 80:20, vorzugsweise zwischen 95 : 5 und 90 : 10 liegt.
3. Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie als höher schmelzende Alkohole natürliche oder synthetische Alkohole oder Alkoholgemische mit mehr als 16 C-Atomen enthalten.
4. Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie als höher schmelzende nichtaromatische Kohlenwasserstoffe höhere aliphatische Kohlenwasserstoffe, insbesondere Paraffinwachse enthalten.
5. Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Fettsäurederivate Fettsäureester von bei Raumtemperatur wachsartiger Konsistenz enthalten.
6. Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Fettsäurederivate Bienenwachs, Carnaubawachs, Candellilawachs, Japanwachs, Montanwachs und/oder Kunstwachse enthalten.
7. Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet,

130030/0312

BAD. ORIGINAL

daß der Gehalt an höheren Alkoholen mindestens 40 Gew.%, bezogen auf das Gewicht der in Wasser dispergierten Feststoffe, beträgt.

8. Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an höheren aliphatischen Kohlenwasserstoffen und/oder Fettsäuren und/oder deren Derivaten 10 - 60, vorzugsweise 20 - 40 Gew.%, bezogen auf das Gewicht der in Wasser dispergierten Feststoffe, beträgt.
9. Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 8, gekennzeichnet durch einen Feststoffgehalt von 5 bis 60, vorzugsweise von 20 bis 50 und einen Emulgatorgehalt von 0,1 bis 10, vorzugsweise 2 bis 5 Gew.%, bezogen auf die Summe aus Feststoff, Emulgator und Wasser.
10. Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 9, gekennzeichnet durch einen Gehalt an aliphatischen, naphthenischen, cyclischen und/oder alicyclischen Kohlenwasserstoffen.
11. Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Emulgator oxethylierte Fette, Fettsäuren, Alkylphenole und/oder höherlineare Alkohole enthalten.
12. Suspensionen nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß sie wenigstens 2 Emulgatoren mit unterschiedlichem Alkoxylierungsgrad enthalten.
13. Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die bei Raumtemperatur flüssigen Kohlenwasserstoffe öllösliche Zusatzmittel in Mengen zwischen 0,01 und 20, vorzugsweise 0,05 und 10 Gew.%, enthalten.
14. Suspensionen nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die öllöslichen Zusatzmittel höhere Alkohole und/oder Fettsäuren mit 8 bis 22 C-Atomen und/oder deren Alkylenoxyd-

130030/0312

addukte mit 2 bis 20 Mol Alkylenoxid und/oder unlösliche nicht toxische Salze von Fettsäuren mit 8 bis 22 C-Atomen, insbesondere Ca, Mg- oder Al-Salze sind.

15. Verfahren zur Herstellung der Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß man die festen nicht wässrigen Bestandteile der Suspension einschließlich Emulgator aufschmilzt und in Wasser bei einer Temperatur von wenigsten 50, vorzugsweise 60 bis 90°C, gegebenenfalls unter Rühren emulgiert, danach auf unterhalb des Schmelzpunkts der Feststoffteilchen, gegebenenfalls unter Zusatz eines hochscherenden Dissolvers abkühlt und dann einen bei Raumtemperatur flüssigen Kohlenwasserstoff in einer solchen Menge zusetzt, daß das Gewichtsverhältnis der Feststoffteilchen der Suspension zu flüssigen Kohlenwasserstoff zwischen 99:1 und 80:20 liegt.
16. Verwendung der Suspensionen nach Ansprüchen 1 bis 14 zum Entschäumen in wässrigen schaumbildenden Systemen.
17. Verwendung nach Anspruch 16 in Mengen von 0,02 bis 0,5, vorzugsweise 0,05 bis 0,2 Gew.teilen Suspension, bezogen auf 1.000 Gewichtsteile schaumbildendes Substrat.

Köln, den 27. November 19
Kl/ks

Chemische Fabrik Stockhausen & Cie., Bäkerpfad 25
4150 Krefeld

Emulgatorhaltige Suspensionen auf der
Basis höher aliphatischer Alkohole,
Verfahren zu ihrer Herstellung und
ihre Verwendung als Entschäumer für
wässrige schäumende Systeme

Die Erfindung betrifft emulgatorhaltige Suspensionen auf der Basis höher aliphatischer Alkohole, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung als Entschäumer für wässrige schäumende Systeme.

Technische Prozesse unter Einbeziehung wässriger Systeme sind meist mit störenden Schaumbildungen verbunden. Dies führt nicht nur zu Falschanzeigen der Prozessregler, sondern auch zu Durchsatz- und Stoffverlusten. Es hat darum nicht an Versuchen zur Entwicklung hochwirksamer Entschäumer gefehlt.

Da zumeist die chemische Zusammensetzung der schäumenden wässrigen Lösung auch auf den Entschäumer Einfluß nahm, kam es zu den unterschiedlichsten Problemlösungen. Dabei erwiesen sich fast alle verfügbaren niedrigviskosen organischen, hydrophoben Flüssigkeiten als Schaumzerstörer, oftmals sogar ohne weitere Zusatzmittel.

130030/0312

13.11.1959 GKS

100100

3001387

- 2 -⁵

Hier sind zu nennen: Petroleum, Mineralöl, Ölsäure, Ethylhexanol u.a..

Da sich jedoch die reinen organischen Substanzen schlecht im wässrigen Medium verteilten, wurden sie mit grenzflächenaktiven Substanzen abgemischt. So findet man in den herkömmlichen Antischaumölen ionische und nicht-ionische Emulgatoren wie Sulfonate, Sulfate, Seifen, Phosphate und Ethylenoxid- und/oder Propylenoxid-Addukte und/oder Mischalkoxilate. Letztere Produkte werden meist bevorzugt, da sie selbst wenig schäumen, bei entsprechendem Ethylenoxid/Propylenoxid-Verhältnis sogar selbst zur Entschäumung beitragen.

Die Erfahrung zeigte dann, daß nicht nur die Zusammensetzung des Substrates die Wirkung eines Entschäumers stark beeinflusste, sondern auch Temperatur, pH-Wert, Luftzugangsstelle, Sauerstoffgehalt und Fremdstoffzufuhr. Daneben gelang es aber auch, durch Änderungen der Wasserführungen und Strömungsgeschwindigkeiten in den Apparaten und Rohrleitungen Verbesserungen im Schaumverhalten zu erzielen.

Die Fülle der auf ein schäumendes System einwirkenden Parameter erfordert ein Antischaummittel, welches den verschiedensten Situationen gewachsen sein muß, so daß auch bei unterschiedlichen Belastungen ein gleiches Schaumverhalten mit möglichst geringer Schaumbildung erzielt wird. Dieser gesuchte Entschäumer sollte weder toxikologisch bedenklich noch biologisch resistent sein.

Die Anwendung sollte keine schwierigen Dosierprobleme aufwerfen und gleichzeitig einen maximalen Nutzen erbringen. Es hat sich gezeigt, daß Entschäumer auf Basis konzentrierter Öle in Abmischung mit Alkoholen, Fettsäuren und Emulgatoren zwar als Entschäumer Verwendung finden können, jedoch aufgrund ihres notwendig hohen Emulgatorgehaltes noch Nachteile aufweisen. Auch Entschäumer in Emulsionsform, die bei Zuhilfenahme hoch-

130030/0312

BAD ORIGINAL

scherender Dissolver während des Herstellungsprozesses emulgatorarm eingestellt werden konnten, erbrachten nicht zufriedenstellende Ergebnisse, abgesehen von der Gefahr, daß während der Lagerung solcher Produkte Öl aufschwimmen kann.

- 5 Aufgabe der Erfindung ist daher die Schaffung eines Entschäumers für wässrige schäumende Systeme, der bei unterschiedlichen Betriebsbedingungen und Zusammensetzungen des schäumenden Systems ein möglichst gleichförmiges, günstiges Schaumverhalten zeigt.
- 10 Diese Aufgabe wird gemäß der Erfindung durch eine wässrige emulgatorhaltige Suspension auf der Basis höherer Alkohole gelöst, der im fertigen Zustand, d.h. nachträglich, Kohlenwasserstoffe zugesetzt werden, die bei Raumtemperatur flüssig sind.
- 15 Gegenstand der Erfindung sind daher wässrige emulgatorhaltige Suspensionen von höher schmelzenden aliphatischen Alkoholen und gegebenenfalls höher schmelzenden nichtaromatischen, bevorzugt aliphatischen Kohlenwasserstoffen und/oder Fettsäuren und/oder deren Derivaten, die durch einen Gehalt an bei Raumtemperatur flüssigen Kohlenwasserstoffen
- 20 gekennzeichnet sind, welche der fertigen Suspension zugesetzt worden sind.
- Hierdurch verändern sich die physikalischen Eigenschaften der Suspension, so daß neben einer Viskositätsabnahme auch Thixotropieabfall festgestellt wird.
- 25 Ausgangsprodukte zur Herstellung der in Betracht kommenden Suspensionen sind natürliche oder synthetische höhere Alkohole oder Alkoholgemische mit mehr als 16 Kohlenstoffatomen. Diese Alkohole können einzeln oder im Gemisch eingesetzt werden. Zu nennen sind: Palmitylalkohol, Stearylalkohol, Carnaubylalkohol, Cerylalkohol sowie synthetische höhere Alkohole wie
- 30 die nach der Ziegler Synthese durch Oxydation von Aluminium-

16-01-80

3001387

- 4 -

alkylen erhältlichen C_{16}/C_{18} , C_{18}/C_{20} , C_{20}/C_{22} und höheren Alkohole sowie die nach der bekannten Oxosynthese erhältlichen Alkoholgemische.

Die höheren Alkohole sind zu mindestens 40% in den Suspensionen enthalten, wobei sich dieser Wert auf das Gewicht der nichtwässrigen Anteile bezieht.

Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, den Alkoholen vor der Suspendierung in Wasser noch höherschmelzende nichtaromatische Kohlenwasserstoffe, bevorzugt Paraffine in Wachsform, zuzusetzen. Hierbei können alle Kohlenwasserstoffe eingesetzt werden, die zwischen 40 und 90°C in den schmelzflüssigen Zustand übergehen und hierbei eine verhältnismäßig geringe Viskosität aufweisen, keine Fäden ziehen und praktisch frei von aschebildenden Verbindungen sind.

Weiterhin können neben oder anstelle der Wachse synthetische und natürliche Fettsäureester zugesetzt werden, die bei Raumtemperatur wachsartige Konsistenz aufweisen.

Die Fettsäuren, die den Estern zugrunde liegen, sind solche, die 12 bis 22 Kohlenstoffatome aufweisen und sich von den Speisefetten ableiten lassen. Die als Veresterungskomponenten möglichen Alkohole sind ein- und mehrwertig mit unterschiedlichster Kettenlänge wie Fettalkohole mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, Ethylenglykol, Glycerin, Sorbitan, Di- und Polyglycerol sowie ihre Ethylen- und Propylenoxidaddukte, wie z.B. Polyoxyethylen (20)-sorbitan-tristearat.

Diesen Fettsäureestern sind jene Produkte gleichzusetzen, die gemäß Definition der Dtsch. Ges. für Fettwissenschaft aus dem Jahre 1954 (Fette, Seifen, Anstrichmittel 56, 153 (1954)), ähnliche physikalische Eigenschaften besitzen, jedoch weder den Paraffinen noch den Fettsäureestern zuzuordnen sind.

Zu dieser Produktgruppe sind zu zählen: Bienenwachs, Carnaubawachs, Candellilawachs, Japanwachs, Montanwachs und die

130030/0312

BAD ORIGINAL

Kunstwachse.

- Es ist möglich, den höher schmelzenden Alkoholen und gegebenenfalls Paraffinen und Wachsen in der Schmelze lösliche freie Fettsäuren zuzumischen, doch keinesfalls sollte der Erstarrungspunkt der Schmelze niedriger als 40°C liegen.

- Die Gesamtmenge der weiteren Feststoffe, die neben den höheren Alkoholen vorhanden sein können, liegt bei 10 bis 60, vorzugsweise bei 20 bis 40%, bezogen auf das Gewicht der nichtwässrigen festen Anteile.

- Die erfindungsgemäßen Suspensionen weisen einen Feststoffgehalt von 5 bis 60, vorzugsweise von 20 bis 50 und einen Emulgatorgehalt von 0,1 bis 10, vorzugsweise 2 bis 5 Gew.%, bezogen auf die Summe auf Feststoff, Emulgator und Wasser.

- Als flüssige Kohlenwasserstoffe eignen sich beliebige flüssige, aliphatische, naphthenische, cyclische und alicyclische Kohlenwasserstoffe, wie sie bei der Erdölraffination oder den großtechnischen Synthesen gewonnen werden. Es sind zu nennen: Octan, Isooctan, Decan, Dodecan, Paraffinum liquidum, Weißöl, Mineralöl, Petroleum.

- Das Gewichtsverhältnis des Feststoffanteils der Suspension zu den bei Raumtemperatur flüssigen Kohlenwasserstoffen liegt zwischen 99:1 und 80:20, bevorzugt zwischen 95:5 und 90:10.

- Die Zugabe der flüssigen Kohlenwasserstoffe ist verbunden mit einem Viskositäts- und Thixotropieabfall der Suspension, die je nach der strukturellen Zusammensetzung des Flüssigkeitszusatzes mehr oder minder stark ausfallen. Wo es besonders wünschenswert erscheint, die Viskosität des Entschäumers nach freier Wahl festzulegen, kann dies durch Mitverwendung von geringen Mengen grenzflächenaktiver, öllöslicher Zusatzmittel erfolgen. Hierzu eignen sich hydrophobe Substanzen mit funktionellen Gruppen wie Hydroxyl- und Carboxyl-Gruppen. dies sind hauptsächlich höhere Alkohole und Fettsäuren mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen, die auch in Form ihrer Alkylenoxid-Additionsprodukte mit 2 bis 20 Molen Alkylenoxid einge-

15.01.60

3001387

9

- 8 -

setzt werden können, wie z.B. n-Dodecanol mit 2 Molen Ethylenoxid und 12 Molen Propylenoxid oder Ölsäure mit 3 Molen Ethylenoxid.

Im allgemeinen finden die grenzflächenaktiven Zusatzstoffe
5 nur in einer solchen Menge Verwendung, wie zur Erzielung der gewünschten Viskosität bei dem Entschäumer notwendig ist. Die Einsatzkonzentrationen liegen zwischen 0,01 und 20Gew.%, vorzugsweise 0,05 bis 10 Gew.%, bezogen auf flüssigen Kohlenwasserstoff. Diese Konzentrationen reichen im allgemeinen aus,
10 das angestrebte Viskositätsniveau zu erreichen, sie können im Einzelfall aber auch überschritten werden. Dies ist bei Mitverwendung von Metallseifen genauso der Fall wie auch bei Fraktionen aus großtechnischen Synthesen, die neben einem hohen unverseiften Anteil noch eine Säurezahl und/oder
15 OH-Zahl aufweisen.

Es resultiert eine Suspension, deren physikalische Eigenschaft von der Ausgangssuspension abweicht. Neben einem deutlich verbesserten Entschäumungseffekt ist ein Thixotropieabfall zu beobachten, ohne daß es zu Absetz- oder Aufrahm-
20 Erscheinungen kommt. Vorteilhaft ist gegenüber bekannten Entschäumern auch der geringe Emulgatorgehalt.

Die erfindungsgemäßen wässrigen Suspensionen können eine vielseitige technische Anwendung finden. Grundsätzlich wäre ihr Einsatz bei allen technischen Prozessen in wässrigen Systemen,
25 bei denen Schaum entsteht, möglich.

Zur Herstellung der Suspensionen werden die üblichen grenzflächenaktiven Substanzen anionischer oder nichtionischer Art als Emulgatoren verwendet. Dies können im einfachsten Falle fettsaure Salze, wie z.B. Natrium-, Kalium-, Ammonium-
30 und Triethanolammoniumstearat sein, aber auch Sulfonate, Sulfate und oxalkylierte Fette, Fettsäuren, Alkylphenole und höhere lineare Alkohole, wie Stearylalkohol, Oleylalkohol, Palmitylalkohol und Rizinusöl.

130030/0312

BAD ORIGINAL

Vorzugsweise werden zwei oder mehrere grenzflächenaktive Substanzen mit unterschiedlichen Alkoxilierungsgrad eingesetzt, mit denen Schaumverhalten und Suspensionsstabilität am günstigsten zu gestalten sind. Hieraus ergibt sich, daß der Alkoxilierungsgrad dieser Substanzen in weiten Grenzen schwanken kann, so daß auch weniger wasserlösliche Produkte in Betracht kommen. So läßt sich eine Mischung einer Ölsäure mit 2 Molen Ethylenoxid und eines Oleylalkoholes mit 60 Molen Ethylenoxid verwenden, doch üblicherweise werden 4 - 20 Mole Ethylenoxid pro Basismolekül bevorzugt. Die Hydrophilie bzw. Hydrophobie läßt sich auch durch Anlagerung von Propylenoxid einstellen, entweder in Mischung mit Ethylenoxid oder in getrennter Verfahrensstufe.

Gegenstand der Erfindung ist ferner ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Suspensionen, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man die festen, nichtwässrigen Bestandteile der Suspension aufschmilzt und in Wasser bei einer Temperatur von wenigstens 50°C, vorzugsweise bei 60 bis 90°C, gegebenenfalls unter mechanischer Bewegung, vorzugsweise Rühren, emulgiert, danach auf unterhalb des Schmelzpunktes der Masseteilchen abkühlt und dabei gegebenenfalls einen hochscherenden Dissolver zusetzt, worauf man dann einen bei Raumtemperatur flüssigen Kohlenwasserstoff in einer solchen Menge zusetzt, daß das Gewichtsverhältnis der Feststoffteilchen der Suspension zum flüssigen Kohlenwasserstoff zwischen 99:1 und 80:20, vorzugsweise zwischen 95:5 und 90:10, liegt.

Die vorstehend genannten festen Bestandteile der Suspension bilden im Regelfall ein Stoffgemisch, das oberhalb von 40°C zu schmelzen beginnt und sich in heißem Wasser emulgieren läßt. Sofern in geschlossenen Apparaturen gearbeitet wird, kann auch auf höhere Temperaturen als 90°C aufgeheizt werden. Bei Abkühlung unter den Schmelzpunkt der Masseteilchen wird eine pastöse Suspension erhalten, die zusätzlich durch Verwendung eines hochscherenden Dissolvers verfeinert werden kann und der dann erfindungsgemäß ein bei Raumtemperatur

flüssiger Kohlenwasserstoff zugesetzt wird.

Gegenstand der Erfindung ist ferner die Verwendung der erfindungsgemäßen Suspensionen zur Entschäumung von wässrigen schaubildenden Systemen.

- 5 Zur Entschäumung der wässrigen Systeme werden die Suspensionen den zu entschäumenden Flüssigkeiten zweckmäßig in einer solchen Menge zugesetzt, daß auf 1000 Gew.teile schaubildenden Substrates 0,02 bis 0,5, vorzugsweise 0,05 bis 0,2 Gew.teile erfindungsgemäßen Entschäumer kommen.
- 10 Als "schaumbildenden Substrate" gelten Tensid-, Tierleim- und Caseinlösungen, Papierstoffaufschlämmungen, Papierstreich- und Dispersionsfarben, Zuckersäfte, Hefeteilchen und biologische Klärschlämme. Der pH-Wert der schäumenden wässrigen Systeme übt keinen Einfluß auf die Wirkung der erfindungsgemäßen Entschäumer aus, wie auch aus den möglichen, sehr unterschiedlichen, vorgenannten Substraten abgelesen werden kann. Somit ergibt sich auch eine überragende Breitbandwirkung der Entschäumer-Suspensionen.
- 15

- Der technische Fortschritt des erfindungsgemäßen Verfahrens ist nicht nur darin zu sehen, daß man mit geringen Zusätzen eines niedrigviskosen Entschäumers auskommt, sondern daß es auch gelungen ist, heterogene, zur Schichtenbildung neigende, metallseifenhaltige Entschäumer durch Verwendung einer "Feststoffgrundlage" zu stabilisieren und damit auch ihre Qualität über längere Lagerzeiten zu erhalten.
- 20
- 25

Die Erfindung wird durch die nachfolgend aufgeführten Beispiele erläutert:

Beispiele:

Es wurden Entschäumer als wässrige Suspensionen mit einem Feststoffgehalt von 35% aus folgenden Komponenten hergestellt:

5 Komponente_A (Stammsuspensionen)

Es wurden

- 16,55 Teile $C_{20/22}$ -Alkohol
12,60 Teile Paraffin mit Schmelzpunkt 56/58°C
2,15 Teile Oleylalkoholoxethylat (4 Mol EO)
10 0,25 Teile Nonylphenoloxethylat (14 Mol EO)
0,25 Teile Nonylphenoloxethylat (10 Mol EO)
0,20 Teile Konservierungsmittel (z.B. PHB-Ester)

- in einer geschlossenen Apparatur bei 60°C aufgeschmolzen
und sodann unter Rühren mit 68,00 Teilen Wasser von 60°C
15 versetzt.

Anschließend wurde auf 130°C erhitzt, wobei sich ein Druck von 2,7 bar ergab. Die Temperatur von 130°C wurde 1 Std. beibehalten und sodann unter Rühren langsam auf 30°C abgesenkt.

- 20 Es resultierte eine weiße Suspension mit folgenden Viskositätswerten, 20°C (Meßgerät: Brookfield-Viskosimeter RVT der Fa. Brookfield Engineering Laboratories, Inc., Stoughton, Massachusetts).

- 25 Meßkörper $1/0,5 \text{ min}^{-1}$: 8400 mPa.s
Meßkörper $3/100 \text{ min}^{-1}$: 450 mPa.s

Komponente B (Flüssigzusatz)

95 Teile der Stammsuspension wurden mit 5 Teilen eines flüssigen Zusatzmittels versetzt. Anschließend wurden Viskositäts- und Entschäumungsmessungen vorgenommen.

- 5 Art des flüssigen Zusatzmittels und Ergebnisse der Viskositäts- und Entschäumungsmessungen sind in der folgenden Tabelle I dargestellt.

Tabelle I

10	Entschäumer-Nr.	flüssiges Zusatzmittel	Entschäumer-Visk. (20°C)	
			mPa.s; -1 0,5min	mPa.s; -1 100min
	1	Paraffin 1 Stockpunkt: +9°C Kp: ca. 250°C	4500	305
15	2	Paraffin 2 Stockpunkt: -12°C Kp: ca. 200°C	4000	222
	3	Weißöl 1 Stockpunkt: +2°C Anilinpunkt: +83°C	7600	330
20	4	Weißöl 2 Stockpunkt: -9°C Anilinpunkt: +92,7°C	4600	320
25	5	91 Teile Paraffin 1 6 Teile Ölsäure 3 Teile Aluminiummonostearat	2200	280
30	6	84 Teile Mineralöl 8 Teile Aluminiummonostearat 8 Teile Ölsäure + 3 EO	3600	280
	7	Mischung aus Zusatzmittel 5 und 6 (1:1)	3600	290

Entschäumer Nr. 1 aus Tab. I wurde dann dahingehend verändert, daß dem Flüssigzusatz steigende Mengen von C_{20/22}-Alkohol bis zum völligen Ersatz des flüssigen Paraffins zugesetzt wurden. Zusammensetzung und Viskositätsverhalten des so variierten Entschäumers 1 sind in Tabelle II (1,1 - 1,5) dargestellt und mit einer nur aus Komponente A bestehenden Stammsuspension (1,0) verglichen:

Tabelle II

10	Entsch. Nr.	Flüssigzusatz Paraffin 1 %	C _{20/22} -Alkohol %	Viskosität (mPa.s)	
				20 min ⁻¹	100 min ⁻¹
	1,0 *	0	0	1075	450
	1,1	100	0	520	400
	1,2	98	2	550	380
15	1,3	95	5	580	390
	1,4	85	15	620	415
	1,5**	0	100	6402	1915

* Stammsuspension, die nur aus Komponente A besteht.

20 ** Der Flüssigzusatz an Paraffin ist vollständig durch C_{20/22}-Alkohol ersetzt.

Aus Tabelle II wird die Bedeutung des flüssigen Zusatzmittels für Viskositäts- und Thixotropieverhalten deutlich.

Schaumtest 1

500 ml einer 0,005%igen Nonylphenoloxethylatlösung
25 (9 Mole Ethylenoxid) wurden mit jeweils 90 ppm Entschäumer versetzt und sodann in ein senkrecht stehendes Glasrohr (innendurchmesser 85 mm, Länge 500 mm) gegossen, dessen

130030/0312

unteres Ende mit einem Gummistopfen verschlossen worden war. Der Gummistopfen trug eine Glasfritte G 2 (Durchmesser 50mm), durch die 100 l Luft/h in die Lösung eintraten.

- 5 Die in den jeweiligen Zeitabständen gemessenen Schaumhöhen können nachfolgender Tabelle III entnommen werden:

Tabelle III

Entsch. Nr.	Schaumhöhe in mm nach (min)						Überlauf (390 mm) nach (min)
	1	2	4	6	8	10	
10	1,0	243	303	355	390	-	6
	1,1	45	110	165	153	149	141
	1,2	56	118	155	148	141	143
	1,3	70	160	193	163	150	150
	1,4	183	258	245	213	188	180
	1,5	275	-	-	-	-	1,5
15	2	75	110	163	205	181	166
	3	78	113	165	161	158	150
	4	46	110	172	169	165	165
	5	80	103	131	152	156	150
	6	75	111	148	173	195	210
	7	80	115	151	184	215	248
20	ohne Vergleich -	-	-	-	-	-	1,2

Alle Entschäumer verhielten sich günstiger als die Stammsuspension (1,0), die nur aus der Komponente A besteht.

Schaumtest 2

In die Prüfapparatur nach Schaumtest wurden 450 ml destilliertes Wasser und 50 ml folgender Dispersionsfarbe eingefüllt:

- 5 18,61 Teile Polyvinylacetatdispersion (54%)
 (Handelsname: Mowilith D 025)
- 42,40 Teile Kreide, gemahlen
- 10,34 Teile Titandioxid (Anatas)
- 0,12 Teile Natriumpolyacrylat, 40%
- 10 28,53 Teile Wasser

Der Luftzutritt wurde mit 150 l/h bemessen. Die jeweilige Entschäumermenge betrug 180 ppm. Die Ergebnisse des Tests sind in Tabelle IV dargestellt:

Tabelle IV

15	Entsch. Nr.	Schaumhöhe in mm nach (min)					Überlauf (390 mm) nach (min)
		1	2	4	6	8	
	1,0	143	190	265	313	370	-
	1,1	35	86	173	228	275	305
	1,2	54	98	178	245	278	333
20	1,3	65	100	193	245	310	373
	1,4	95	125	198	253	290	364
	1,5	103	178	225	275	305	384
	2	53	92	158	215	261	309
	3	61	96	163	224	271	318
25	4	58	97	174	236	277	321
	5	31	88	176	241	297	382
	6	35	90	175	256	316	385
	7	33	87	173	244	309	379
30	ohne Vergleich -	-	-	-	-	-	0,5

15-01-80

3001387

17
- 14 -

Alle Entschäumer verhielten sich günstiger als die Stammsuspension (1,0), die nur aus der Komponente A besteht.

Schaumtest_3

- 5 Eine schäumende Papierfaserstoff-Suspension aus Altpapier und Leim wurde in der Apparatur gemäß Schaumtest 1 mit 18 ppm Entschäumer versetzt und anschließend mit 200 l Luft/h belastet.
- Die Faserstoff-Suspension enthielt 7,6 g Trockensubstanz/l und wies einen Mahlgrad nach Shoppe-Riegler von 75° auf.
- 10 Der Leim bestand aus Graupelleim und Gelantine (1:1) und wurde in einer Menge von 0,2 g/l Suspension eingesetzt.
- Die Testergebnisse sind in Tabelle V dargestellt.

Tabelle V

Entsch. Nr.	Schaumhöhe in mm nach (min)						Überlauf (390 mm) nach (min)
	1	2	4	6	8	10	
15 1,0	115	133	142	151	163	165	
1,1	33	38	67	78	98	105	
1,2	33	35	58	95	95	90	
1,3	35	41	66	95	98	95	
20 1,4	40	41	58	83	98	98	
1,5	41	48	80	90	90	90	
ohne Vergleich	-	-	-	-	-	-	0,5

- 25 Die geprüften Entschäumer verhielten sich wesentlich günstiger als die Stammsuspension (1,0), die nur aus der Komponente A besteht.

130030/0312

BAD ORIGINAL

Schaumtest_4

In einer Sulfitzellstofffabrik wurde der in der Eindickung verwandte Entschäumer ersetzt durch die Stammsuspension aus höheren Alkoholen und Paraffinen. Eine vergleichbare
5 Wirkung wurde bei einer Einsatzmenge von 0,2% erreicht (0,064% Feststoff). Rechnerisch ergab sich ein Mehrverbrauch von 15%.

Bei Verwendung des Entschäumers Nr. 2 konnte die Einsatzmenge auf 0,1% (0,032% Feststoff) reduziert werden, ohne
10 daß es zu Störungen auf der Eindickseite kam.

Schaumtest_5

In einer kommunalen, biologischen Kläranlage trat im Belüftungsbecken Schaum auf.

Nach Einsatz des Entschäumers Nr. 3 in einer Menge von
15 5 ml/m³ (Dosierung in 1%iger Verdünnung) erfolgte eine auffallende Veränderung der zuvor festen Schaumstruktur. Der Schaum verlor so viel an Stabilität, daß eine deutliche Schaumzerstörung einsetzte. Die Kläranlage konnte so problemlos weiterarbeiten.

20 Schaumtest_6

Die Prüfapparatur nach Schaumtest 1 wurde mit 500 ml Rohzuckersaft (Zuckergehalt: 3 Brix) befüllt und sodann mit 36 ppm Entschäumer versetzt.

In die Lösung wurden über die Fritte 300 l Luft/h eingeleitet.
25 tet. Die Versuchsergebnisse sind in Tabelle VI dargestellt:

Tabelle VI

Entsch. Nr.	Schaumhöhe in mm nach (min)						Überlauf nach min
	1	2	4	6	8	10	
1,0	36	40	113	175	225	248	
1,1	25	31	84	135	151	190	
1,2	19	31	61	118	160	198	
1,3	16	29	51	94	130	145	
1,4	23	30	45	103	139	163	
1,5	25	40	140	195	238	278	
ohne Vergleich	-	-	-	-	-	-	0,97

Schaumtest 7

500 ml einer alkalisch eingestellten 1%igen Caseinlösung wurden in der Prüfapparatur nach Schaumtest 1 mit 90 ppm Entschäumer versetzt und sodann mit 100 l Luft/h belastet. Die gemessenen Schaumhöhen können nachfolgender Tab. VII entnommen werden:

Tabelle VII

Entsch. Nr.	Schaumhöhe in mm nach (min)						Überlauf nach (min)
	1	2	4	6	8	10	
1,0	145	215	270	318	360	385	
1,2	25	27	30	32	33	41	
2	40	42	45	45	45	45	
4	35	37	40	42	43	43	
ohne Vergleich	360	-	-	-	-	-	1,4

15:18

3001387

20
- 17 -

Die geprüften Entschäumer zeigten gegenüber der Stammsuspension eine wesentlich bessere Wirkung.

Bei den Vergleichsversuchen ohne Entschäumer tritt starke Schaumbildung auf, die innerhalb kürzester Zeit zum
5 Überlauf führt.

130030/0312

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.